Standar Nasional Indonesia

SNI 01-2593-1992

Dekstrin industri pangan

ICS 67.180.20

Badan Standardisasi Nasional BSN

Daftar isi

Dekstrin industri pangan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengarasan dekstrin industri pangan.

2 Definisi

Dekstrin industri pangan adalah salah satu produk hidrolisis zat pati, berbentuk serbuk amorf berwarna putih sampai kekuning-kuningan.

3 Syarat mutu

Syarat mutu dekstrin industri pangan adalah seperti pada tabel 1 berikut :

Tabel Syarat mutu

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	W a r n a	-	Putih sampai kekuning-
2.	Warna dengan larutan lugol	-	Ungu kecoklat- coklatan
3.	Kehalusan mesh P0, % b/b		min 90 (lolos)
4.	Air, % b/b		Maks 11.
5.	A b u, % b/b		Maks 0,5
6.	Serat kasar, % b/b		Maks 0,6
7.	Bagian yang larut dalam air dingin		Min 97
8.	Kekentalan	O_E	3 – 4
9.	Dekstrosa		Maks 5

TABEL (Lanjutan)

1	2	3	4
10.	Derajat asam	ml NaOH 0.1 N/ 100g	Maks 5
11.	Cemaran Logam		
	11.1 Timbal (Pb)	mg/kg	Maks 2
	11.2 Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks 30
	11.3 Seng (Zn)	mg/kg	Maks 40
	11.4 Timah (Sn)	mg/kg	Maks 40
12.	A r s e n	mg/kg	Maks 1
13.	Cemaran mikroba		
	13.1. Kapang dan ragi	MPN/g	Maks 10^2
	13.2. Ragi	MPN/g	$10 - 10^2$
	13.3. Total aerobic Plate Count	MPN/g	10^2 - 10[illegible]
	13.4 Bakteri Caliform	MPN/g	Maks 10
	13.5 Salmobella	MPN/100g	0

4 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1989, Petunjuk pengambilan contoh padatan.

5 Cara uji

5.1 Warna

5.1.1 Prinsip

Warna contoh umumnya mencirikan mutunya.

5.1.2 Prosedur

Diuji secara visual.

5.2 Warna dengan larutan lugol

5.2.1 Prinsip

Iod dengan larutan contoh akan memberikan warna. Warna yang terjadi tergantung dari komposisi dekstrin.

5.2.2 Pereaksi

Larutan lugol :

Timbang 50 g iod (I_2) dan 100 g KI dilarutkan dalam 100 ml air suling. Setelah larut kemudian diencerkan menjadi 1000 ml.

5.2.3 Peralatan

- Neraca analitik
- Erlenmeyer 100 ml.
- Gelas ukur 50 ml.

5.2.4 Prosedur

Timbang 0,5 g contoh dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 ml. Kemudian ditambah 25 ml air suling dan ditetesi dengan larutan lugol, warna yang terjadi amati.

5.3 Kehalusan mesh 80

5.3.1 Prinsip

Contoh diayak dengan ayakan yang kehalusannya tertentu.

5.3.2 Peralatan

Ayakan 60 mesh.

5.3.3 Prosedur

Timbang 10 g contoh kemudian diayak dengan ayakan berukuran 80 mesh. Bagian yang tertinggal dalam ayakan ditimbang.

5.3.4 Perhitungan

Kehalusan 80 mesh (100 - a) %

dimana :

a = prosentase dari bagian yang tidak saringan 80 mesh.

5.4 Air

5.4.1 Prinsip

Air diuapkan dalam pengering listrik bersuhu 100 - 105 °C. Kehilangan bobot dianggap sebagai air yang terdapat dalam dekstrin.

5.4.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Botol timbang
- Lemari Pengering
- Gegep

5.4.3 Prosedur

Timbang dengan teliti 5 g contoh dalam sebuah botol timbang yang telah diketahui bobotnya. Dibiarkan 2 jam dalam lemari pengering pada 100 - 105 °C. Setelah itu didinginkan dalam eksikator, lalu ditimbang. Pekerjaan ini dilakukan berulang kali dengan waktu selang 1 jam sampai bobot tetap.

5.4.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Penyusutan bobot (g)}}{\text{Bobot contoh (g)}} \times 100\ \%$$

5.5 Abu

5.5.1 Prinsip

Bila contoh diabukan maka zat-zat organic yang terdapat dalam bahan tersebut akan dioksidasi menjadi air dan CO_2 tetapi bahan anorganiknya tidak.

5.5.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Cawan Porselin
- Eksikator
- Tanur
- Gegep

5.5.3 Prosedur

Cawan porselen kosog dipijarkan dan didinginkan, kemudian ditimbang sampai bobot tetap, ke dalam cawan ini ditimbang 2-3 g contoh diarangkan perlahan-lahan kemudian denngan nyala besar, dipijarkan sampai menjadi abu. Setelah itu cawan didinginkan dalam eksikator dan ditimbang sampai bobot tetap.

5.5.4 Perhitungan

$$\text{Kadar abu} = \frac{\text{Bobot abu (g)}}{\text{Bobot contoh (g)}} \times 100\%.$$

5.6 Serat Kasar

5.6.1 Prinsip

Serat kasar yang terdapat dalam contoh tidak dapat dihidrolisa baik dengan basa maupun asam.

5.6.2 Pereaksi

- Asam sulfat (H_2SO_4) 1,25 %
- Natrium hidroksida (NaOH) 3, 25 %
- Alkohol 96 %
- Eter
- Air suling

5.6.3 Peralaran

- Neraca analitik
- Erlenmeyer
- Gelas ukur
- Pendingin balik
- Corong Buchner dan kertas saring
- Cawan porselin
- Lemari pengering
- Pompa vakum
- Tanur
- Eksikatier
- Gegep

5.6.4 Prosedur

Timbang dengan teliti kurang lebih 2 g contoh, hilangkan lemaknya dengan cara diekstrak dengan eter.

Masukkan contoh tersebut ke dalam Erlenmeyer 750 ml. Setelah itu tambahkan 100 ml H_2SO_4 1,25 % dan erlenmeyer dihubungkan dengan pendingin tegak, lalu dididihkan selama 30 menit. Kemudlian ditambah 200 ml NaCH 3,25 % dan dimasak lagi selama 30 rrenit. Panas-panas disaring ke dalam corong Buchner yang berisi kertas saring yang telah diketahui bobotnya (kertas saring terlebih dahulu dikeringkan pada temperature 105 °C selama 30 menit dan ditimbang) dengan memakai vakum, dicuci berturut-turut dengan air panas, H_2SO_4 1,25 %, air panas lagi dan akhirnya dengan alkohol 96 %. Selanjutnya kertas dengan isinya diangkat dan dimasukkan ke dalam cawan porselin (cawan terlebih dahulu dipijarkan, didinginkan dan ditimbang) dan dikeringkan pada temperatur 105 °C selama 1 jam hingga bobot tetap. Akhirnya cawan beserta isinya dipijarkan dan ditimbang hingga bobot tetap.

5.6.5 Perhitungan

$$\text{Kadar serat kasar} = \frac{a - b - c}{\text{Bobot contoh}} \times 100\ \%$$

dimana :

a = bobot kertas saring + isi + cawan

b = bobot abu + cawan

c = kertas saring

5.7 Bagian yang larut dalam air dingin

5.7.1 Prinsip

Contoh larut dalam air, derajat kelarutannya sangat tergantung dari pada proses yang digunakan dalam pembuatan contoh.

5.7.2 Peralatan

- Neraca analitik
- Botol timbang
- Labu ukur 200 rd
- Pipet 10 m1
- Penangas air
- Lemari pengering
- Gegep

5.7.3 Prosedur

Timbarg dengan teliti 2 g contoh dalam sebuah botol timbang yang telah diketahui bobotnya. Kemudian dillarutkan dengan air dalam labu ukur 200 ml sampai tanda tera. Kemudian disaring dan dipipet 10 ml, diuapkan di penangas air. Setelah itu dipanaskan dalam lemari pengering ± 3 jam hingga bobot tetap.

5.7.4 Perhitungan

$$\text{Bagian air yang larut dalan air dingin} = \frac{20 \times a\ (gr)}{\text{bobot contoh (gr)}} \times 100\ \%$$

dimana :

a = bobot kering dari 10 ml larutan

5.8 Kekentalan

5.8.1 Prinsip

Kecepatan alir suatu larutan (detik) persatuan volume.

5.8.2 Peralatan

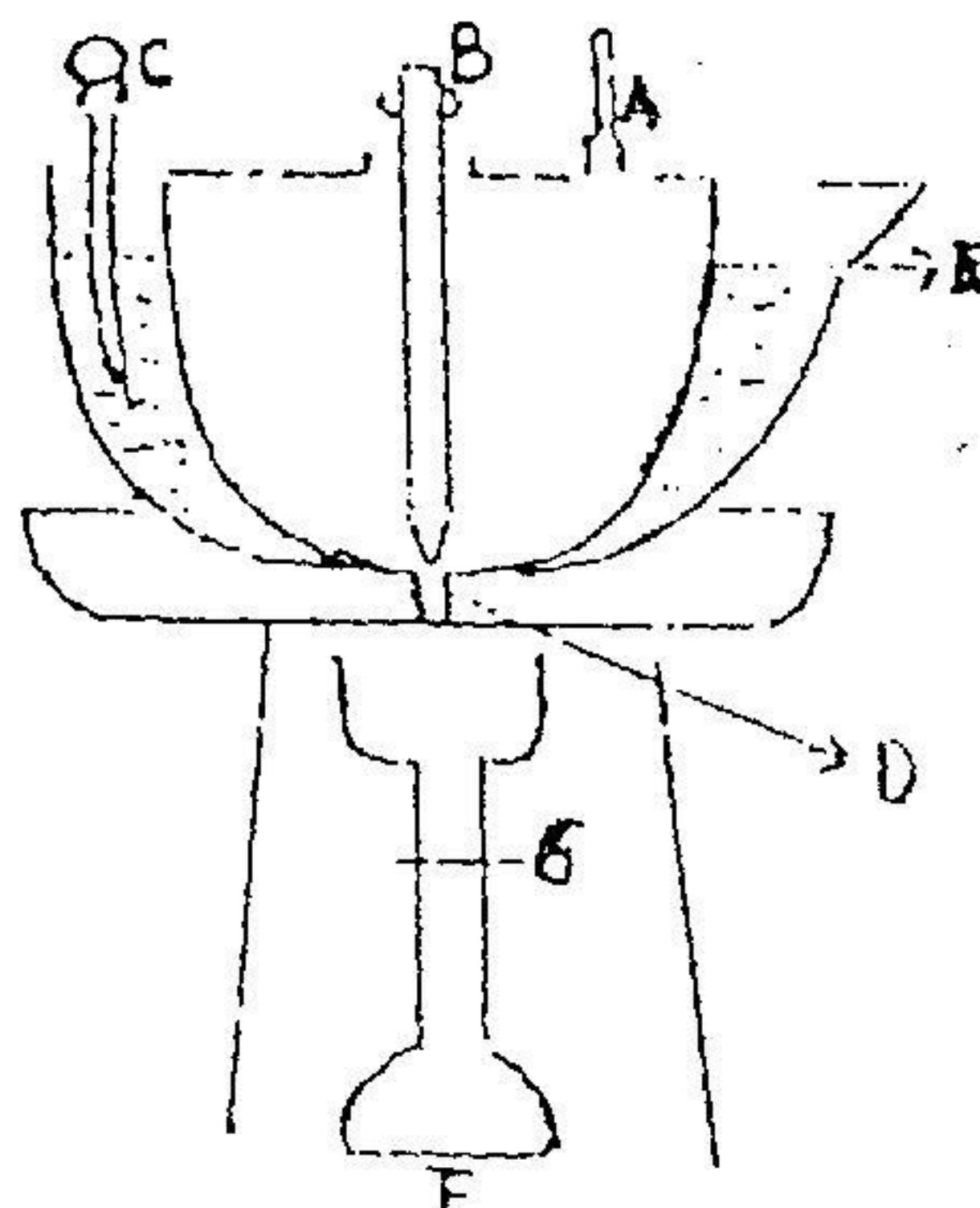
- Neraca Analitik
- Piala gelas
- Gelas ukur
- Termometer
- Batang pengaduk
- Engler Viska meter
- Jam henti

5.8.3 Prosedur

Timbang 125 g contoh dan dimasukkan ke dalam piala gelas 600 ml. Sambil diaduk ditambahkan 250 ml air yang suhunya 80^{O} C. Diaduk dengan stirrer hingga merata, selama 10 menit. Setelah itu didiamkan sampai suhu kamar. Kemudian disaring dengan saringan kain tipis (kain blacu).

Larutan dekstrin dimasukkan ke dalam alat Engler Viskometer sampai tanda batas. Di bawah lubang kecil Engler viscosimetris diletakkan labu ukur 200 ml bermulut lebar. Alat penyumbat lubang kecil dicabut, pada saat mana jam henti dijalankan bersama. Larutan dekstrin dibiarkan mengalir ke dalam labu ukur. Sampai pada tanda batas, pada saat tersebut jam henti dimatikan.

Catat waktu yang dibutuhkan.

Gambar
Engler Viskometer

Keterangan :
A = termometer
B = penyumbat
C = pengaduk
D = lubang halus/aliran contoh
E = tanda batas air
F = labu ukur mulut besar 200 ml
G = tanda batas labu ukur

5.8.4 Perhitungan

$$^{O}\text{Engler} = \frac{\text{kecepatan alir contoh (detik)}}{\text{kecepatan alir air (detik)}}$$

5.9 Dekstrosa

5.9.1 Prinsip

Glukosa dapat mereduksi larutan garam kupri.

5.9.2 Pereaksi

5.9.2.1 Cara membuat larutan luff 50 g asam sitrat dilarutkan dengan 50 ml air suling. Masukkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan 400 ml yang sudah mengandung 388 g $Na_2CO_310H_2O$ atau 144 g Na_2CO_3 anhidrat. Campuran larutan ini ditambah dengan 25 g $CuSO_4$ yang sudah dilarutkan dalam 100 ml air suling. Selanjutnya larutan diencerkan sampai 1 liter.

5.9.2.2 Pembuatan Pb asetat setengah basa

Timbang 430 g Pb $(C_2H_3O_2)_2$ $3H_2O$ dan 130 g PbO, dimasukkan ke dalam erlenmeyer besar, ditambah 1 liter air, didihkan selama 30 menit, didinginkan dan biarkan mengendap; didekantasikan dan diencerkan dengan air yang baru dididihkan sam[[ai menjadi bobot jenis 1,25. Bila larutan ini akan digunakan, satu bagian larutan diencerkan dengan empat bagian air panas, bila keruh disaring.

5.9.2.3 Larutan Na_2HPO_4 10 %

10 g serbuk Na_2HPO_4 dilarutkan dengan air kemudian diencerkan dengan air menjadi 100 ml.

5.9.2.4 Larutan KI 30 %

30 g serbuk KI dilarutkaan dengan air kemudian diencerkan dengan air menjadi 100 ml.

5.9.2.5 Larutan H_2SO_4 25 %

200 ml H_2SO_4 pekat diencerkan dengan air menjadi 1 l.

5.9.2.6 Larutan tio 0,1 N

5.9.3 Peralatan

- Neraca analitik
- Labu 250 ml
- Pipet 10ml
- Kertas saring
- Erlenmeyer 500 ml
- Pipet 25 ml
- Batu didih
- Penangas air
- Lemari es

- Gelas ukur
- Buret 50 ml
- Stativ
- Gegep

5.9.4 Prosedur

Cara Luff Schoorl :

Contoh ditimbang sebanyak 10 - 15 g, dimasukkan dalam labu 250 ml, tambahkan 10 ml Pb asetat setengah basa dan kocok:. Untuk menguji penambahan Pb asetat itu sudah cukup atau belum, larutan ditetesi larutan Na_2HPO_4 10 %, bila timbul endapan putih menandakan penambahan sudah cukup. Kemudian diitambah natrium fosfat 10 % hingga cukup untuk mengendapkan kelebihan Pb asetat setengah basa (± 15 ml) untuk menguji apakah Pb asetat telah diendapkan semua larutan ditetesi 1 - 2 tetes natrium fosfat, bila timbul endapan berarti natrium fosfat belum cukup lalu digoyangkan. Lalu ditepatkan isinya hingga tanda garis, kocok 12 kali biarkan setengah jam lalu disaring.

5.9.4.1 Sebelum inversi

10 ml saringan dipi pet dan climasukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 ml bertutup asah, tambah 15 ml air, batu didih dan pi petkan 25 ml larutan Luff (jumlah cairan 50 ml). Panaskan lebih kurang 2 menit sampai mendidih dan didihkan terus selama 10 menit dengan nyala kecil. Kemudian diangkat dan cepat-cepat didinginkan dalam es, setelah dingin ditambahkan 10 - 15 ml KI 30 % dan 25 ml H_2SO_4 25 % (penambahan hati - hati karena terbentuk CO_2) lalu dititar dengan larutan tio 0,1 N (a ml) dan kanji 0,5 % sebagai petunjuk.

Blanko 25 ml ditambahkan 25 ml Luff dan dikerjakan seperti di atas.

Blanko memerlukan b ml.

5.9.5 Perhitugan

$$\text{Kadar dekstrosa} = \frac{\text{mg sakar x faktor pengenceran}}{\text{mg contoh}} \times 100\ \%$$

5.10 Derajat Asam

5.10.1. Prinsip

Asam dapat dinetralkan dengan basa. Banyaknya asam dapat ditentukan dengan titrasi mempergunakan basa.

5.10.2. Pereaksi

- Alkohol 95 %
- Penol ptalein
- Na) H 0,1 N

5.10.3. Peralatan

- Neraca analitik
- Labu ukur 250 ml
- Gelas ukur 100ml
- Kertas saring
- Erlenmeyer 100 ml
- Buret 50ml
- Stativ

5.10.4. Prosedur

5 g conton dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml dan dituangi 100 ml alkohol yang terlebih dahulu dinetralkan dengan penol ptalein. Biarkan tertutup selama 24 jam, sambil kadang-kadang digoyangkan. Setelah disaring dengan kertas saring 50 ml saringan dititar dengan NaOH 0,1 N memakai indicator penol ptalein. Derajat asam adalah banyaknya ml Na_2OH 0,1 N yang diperlukan untuk menitar 100 g contoh.

5.10.5. Perhitungan

$$\text{Derajat asam} = \frac{100/50 \text{ x ml penitaran x titar lindi x } 100}{\text{bobot contoh}}$$

5.11 Cemaran logam (Pb, Cu, Zn, Sn).

5.11.1. Uji Pb

5.11.1.1. Peralatan

- Tanur listrik.
- Cawan porselen
- Labu ukur 500 ml dan 50 ml
- Kertas saring
- Corong pemisah 300 ml dan 125 ml
- Pipet 100 ml
- Spektrofotometer yang cocok untuk penetapan pada panjang gelombang 520 nm.

5.11.1.2. Pereaksi

Catatan :

Semua pereaksi harus bermutu pereaksi dan bebas timbal.

a. Larutan Timbal
    1) Larutan persediaan : Larutan 3,197 g timbal nitrat, $Pb(NO_3)_2$ dalam asam nitrat % hingga 1000 ml. Tiap ml larutan rrengandung 2 mg Pb.
    2) Larutan baku timbal : Dibuat sesuai dengan kebutuhan dengan mengencerkan larutan persediaan timbal dengan larutan asam nitrat 1 %.
b. Larutan asam nitrat 1 % : Encerkan 10 ml asarn nitrat dengan air yang disuling ulang

hingga 1000 ml.

c. Larutan pengabuan : Larutkan 40 g aluminium nitrat, AL $(NO_3)_3$ 9 H_2O dan 20 g kalsiurn nitrat Ca $(NO_3)_2$ .4 H_2O dalam 100 ml air.

d. Larutan asam sitrat : Tiap ml larutan mengandung 0,5 g asam sitrat

e. Larutan ditizon (Difeniltiokarbazon)

Larutan lebih kurang 1 g ditizon dalam 50 ml sampai 75 ml kloroform dan saring bagian yang tidak terlarut. Saring rrenggunakan corong pemisah dengan 4 x 100 ml larutan amonia (1=100) yang telah di suling ulang (ditizon masuk ke lapisan air).

Saring lapisan air melalui kapas yang di sumbat pada tangki corong pisah lain yang lebih besar. Asamkan sedikit dengan asam klorida encer dari sari endapan di tizon dengan 2 atau 3 kali 20 ml kloroform. Campur sari tersebut dalam corong pisah dan cuci 2 atau 3 kali dengan air. Alirkan kloroform ke dalam lain piala dan uapkan diatas penangas air, ceak pemercikan larutan selama pengeringan.

Hilangkan sisa-sisa air dengan pemanasan selama 1 jam pada suhu lebih kurang 50 ^{O}C dalam hampa. Simpan ditizon yang kering dalam botol tertutup rapat di tempat gelap.

f. Campuran amonia sianida : Pada larutan 100 ml kalium sianida 10% bebas fosfat tambahkan secukupnya amonia yang telah disuling ulang hingga diperoleh 19,1 g NH_3 dan encerkan dengan air yang telah disuling ulang 500,0 ml.

g. Campuran brom - asam bromide : Pada 250 ml larutan asam bromida 40% yang telah disuling ulang, tambahkah 35 ml brom cair yang telah disuling ulang.

h. Larutan natrium polisulfida : Larutan 480 g dinatrium sulfida, Na_2S. 9H_2O dan 40 g natrium hidroksida, Na_2S. 9H_2O dan 40 g natrium hidroksida, NaOH dalam air, tambahkan 16 g serbuk belerang S, kocok hingga belerang larut, saring dan encerkan hingga 1000 ml.

i . Larutan asam sitrat - asam klorida, tambahkan 100 ml larutan (d) pada 50 ml asam klorida dan encerkan hingga250,0ml.

j. Larutan natrium oleat : Pada 45 ml natrium hidroksida 30% dan 400 ml air dalam gelas piala 1500 ml sambil dipanaskan dan diaduk tambahkan hati-hati 90 g oleat. Panaskan campuran diatas penangas air, hingga sabun yang terjadi semua larut.

Dinginkan, encerkan hingga 1000,0 ml, campur dan saring.

k. Larutan sitrat-sianida-amonia : Larutan 10 g kalium sianida bebas fosfat dan 10 g asam sitrat dalam 250 ml amonia pekat dan encerkan hingga 1000,0 ml.

i. Kertas saring yang telah dicuci : Rendam kertas saring dalam larutan asam nitrat 1% selama 1 malam, kemudian cuci dengan air secukupnya menggunakan corong buchner hingga bebas asam.

5.11.1.3 Penyiapan contoh

Jika contoh mengandung Sn banyak dilakukan cara penetapan A. Jika contoh mengandung Sn sedikit, dilakukan cara penetapan B.

5.11.1.4. Penyiapan contoh berkadar Sn tinggi

1) Timbang contoh ± 10 g dalam cawan porselin, tambahkan 2-5 ml larutan pengabuan, campur baik-baik dan panaskan diatas nyala api.

2) Jika contoh sudah kering atau mengarang, panaskan dalam tanur secara perlahan-lahan hingga mencapai suhu 500°C.
3) Jika pengabuan tidak serrpurna, pindahkan ke dalam cawan porselen dinginkan dan tambahkan hati-hati 2-3 ml asam sitrat, uapkan dan kemudian abukan lagi dalam tanur hingga bebas arang.
4) Jika dalam oontoh terdapat sejumlah timah dapat menyebabkan kesukaran pada penyarian timbal dengan ditizon oleh karena terjadi suspensi seperti susu.
   Untuk rnengatasi hal tersebut, maka dilakukan pemisahan tirnah dengan melarutkan campuran sulfida dengan larutan natrium polisulfida panas.
5) Dinginkan larutan abu dalam asam, tambahkan 20 ml larutan asam sitrat dan atur pH antara 3,0 - 3,4 terhadap biro bromfenol dengan amonia. Jika warna larutan tua yang disebabkan adanya besi yang cukup banyak, pangaturan pH dilakukan dengan menggunakan lempeng tetes. Jika jumlah timbal sedikit, tambahkan 5-10 mg tembaga (II) sulfat pada larutan untuk membantu pengendapan. Endapan sulfida dengan mengalirkan gas hi drogen sulfida ke dalam larutan hingga jenuh (3-5 menit).
6) Saring segera dengan menggunakan saringan kaca masir yang halus dengan pengisapan.
7) Bilas labu dan penyaring dengan 3-6 kali, tiap kali dengan lebih kurang 5 ml larutan Natrium polisulfida panas.
8) Bilas labu dan sisa sulfide beberapa kali dengan natrium sulfat 3 % yang pHnya diatur antara 3,0 – 3,4 dan dijenuhkan dengan hydrogen sulfide.
9) Larutan sulfida tanpa lebih lulu dicuci dengan 5 ml asam nitrat panas, tutup, kocok dan didihkan untuk menghilangkan hidrogen sulfida. Pindahkan ke dalam corong pemisah 200 ml, tambahkan 10 ml larutan asam sitrat buat alkalis dengan amonia terhadap lakmus.
10) Sari dengan ditizon

5.11.1.5. Penyiapan contoh berkadar Sn rendah.

1) Timbang contoh 10 g dalam cawan porselen, tambahkan 2-5 ml larutan pengabuan, campur baik-baik dan panaskan diatas nyala api.
2) Jika contoh sudah kering atau mengarang, panaskan dalam tanur secara perlahan-lahan hingga tanur secara perlahan-lahan hingga mencapai suhu 500^0 C.
3) Jika pengabuan tidak serpurna, pindahkan ke dalam cawan porselen, dinginkan dan tambahkan hati-hati 2-3 ml asam sitrat, uapkan dan kemudian abukan lagi dalam tanur hingga bebas arang.
4) Abu yang diperoleh ditambahkan dengan 15-20 ml asam klorida. Jika tidak diperoleh larutan jernih, uapkan lagi hingga kering dan ulangi penacbahan asam klorida 15-20 ml. Jika rrnngandung zat yang tidak terlarut uapkan asam klorida dan keringkan.
5) Sisa pengeringan ditamhah 5-10 ml asam perklorat 60% dan panaskan hingga berasap.
6) Encerkan dengan air dan jika perlu saring larutan dengan menggunakan penyaring kaca masir yang halus dengan pengisap. Tampung hasil saringan dalam labu erlenmeyer yang bertutup asah 500 ml.

7) Cuci zat yang tidak larut diatas penyaring berturut-turut dengan beberapa ml asam klorida panas, larutan asam sitrat-asam khlorida panas, larutan asam sitrat – asam klorida panas dan larutan ammonium asetat 40 % panas.

5.11.1.6. Penyarian Pb dengan ditizon

1) Pindahkan filtrate ke dalam corong pemisah 300 ml bertangkai pendek dan tambahkan 20 ml larutan asam sitrat, alkaliskan terhadap lakmus dengan amonia, biarkan dingin 1-2 menit. Jika terbentuk endapan larutkan kembali dengan asam klorida dan sari timbal seperti tertera pada pemisahan sulfida. Jika tidak terbentuk endapan, tambahkan 5 ml larutan kaliurn sianida 10% (jika terdapat seng, tembaga, kadmium dan dalam jumlah besar gunakan lebih banyak larutan kalium sianida) .
2) Ukur pH larutan dengan penanbahan satu tetes larutan biru tirnol amati warna yang terjadi. pH harus tidak kurang dari 8,5 (warna hijau kebiruan hingga biru). Jika abu berwarna tua yang disebabkan oleh besi (Fe) buat pH lebih rendah karena pada pH 10 atau lebih dengan adanya besi dapat mengakibatkan oksidasi ditizon.
   Sari segera dengan 10 ml larutan ditizon menggunakan larutan yang lebih encer kecuali jika jumlah timbal (Pb) yang ada terlalu besar.
3) Kocok 20-30 detik, biarkan lapisan memisah dan amati warna lapisan kloroform (Komplek timbal ditizon berwarna nerah, tetapi warna tertutup oleh kelebihan warna ditizon yang hijau. Keserrpurnaan penyarian dapat diikuti dengan mengamati warna sari berikutnya) .
4) Alirkan sari langsung masuk ke dalam corong pamisah kecil yang berisi 25 ml asan sitrat 1%. Jika penyarian telah sempurna kocok kumpulkan sari dalam corong pamisah yang lebih kecil dan aliran lapisan ditizen yang berwarna hijau ke dalam corong pamisah lain yang telah diisi 25 ml asam nitrat 1%. Kocok, biarkan lapisan memisah dan buang lapisan kloroform. Saring sari asam yang mengandung Pb melalui kapas basah yang ditempatkan dalam corong tangkai pendek ke dalam labu 50 ml. Bila corong pamisah dan pcnyaring dengan sari asam yang kedua, tambahkan asam sitrat 1% hingga 50,0 ml, kocok.
5) Lanjutkan dengan penetapn ditizon cara kolorimetri.

5.11.1.7. Penetapan Lirrhal secara spektrofotaaatri dengan dit-.izcn

1) Masukkan keseluruhan 50 ml tersebut di atas ke dalam corong pemisah. Tambahkan 10 ml campuran sianida-amonia, campur. Tambahkan segera larutan ditizon dengan kadar dan volume yang sesuai dengan jarak kadar Pb seperti dibawah ini.

Jarak kadar Pb ug	Kadar ditizon mg/l	Vol ditizon ml
1 - 10	8	5
0 - 50	10	25
0 - 200	20	40

2) Kocok selama 1 menit, biarkan beberapa menit, saring lapisan bawah rnelalui kertas saring 9 cm yang dipasang langsung pada mulut gelas piala tanpa corong.
3) Isikan filtrat ke dalam kuvet dan ukur serapan pada panjang gelombang 510 nm.

5.11.1.8. Pembuatan kurva baku

1) Siapkan sari larutan baku yang terdiri dari 6 larutan baku timbal dengan kenaikan kadar yang sama dan meliputi jarak kadar yang dikehendaki.
2) Gunakan larutan baku timbal yang telah dijenuhkan dengan kloroform dalam asam nitrat 1 %, dimana 1 ml mengandung Pb dengan interval kenaikan kadar secara teratur atau kelipatan dari 1 g Pb.
3) Pindahkan sejumlah volume dari masing-masing larutan baku ke dalam satu seri corong pemisah dan tambahkan asam nitrat 1% yang telah dijenuhkan dengan kloroform hingga volurne masing-masing 50 ml.
4) Tambahkan 10 ml campuran siandia-amonia, kocok (pH + 9,7). Tambahkan segera larutan ditizon dengan kadar dan volume yang sesuai dengan jarak kadar Pb asetat seperti tabel di atas.
5) Kocok selama 1 menit, biarkan beberapa menit, saring lapisan ba[w]ah melalui kertas saring 9 cm yang dipasang langsung pada mulut gelas piala tanpa corong.
6) Isikan filtrat ke dalam kuvet dan ukur resapan rasing-rasing larutan baku pada panjang gelornLang 510 nm.
7) Buat kurva baku yang rrenyatakan hubungan antara resapan (A) dan jarak ug Pb larutan baku.
8) Jika tidak diperoleh kurva yang linier gunakan perhitungan berdasarkan garis regresi.

5.11.1.9. Pernyataan basil

1) Hitung bobot timbal Pb dalan contoh dalam ug, menggunakan kurva baku.
2) Nyatakan kandungan timbal dalam contoh dengan rumus.

   $\frac{b}{B}$ (mg /kg)

   b = bobot Pb dalam contoh (dalam ug)

   B = bobot cantoh (dalam g)
3) Dari hasil penetapan nyatakan apakah contoh yang diuji nemenuhi persyaratan batas cemaran.

5.11.2. Uji tembaga (Cu)

5.11.2.1. Peralatan

- Pipet 25 ml
- Labu pemisah bertangkai pendek
- Pipet 0,1 ml
- Kuvet 1 cm
- Spektrofotometer yang cocok untuk pengukuran pada panjang gelombang 400 nm.

5.11.2.2. Pereaksi

Catatan :

Semua pereaksi harus bermutu pereaksi dan bebas tembaga.

a. Larutan ntrium-dietil ditiokarbamat (larutan karbamat).
   Larutan 1 g natriumdietil ditiokarbamat dalam air, encerkan hingga 100 ml, saring. Simpan di tempat sejuk, gunakan dalam waktu 1 minggu.
b. Larutan sitrat EDTA
   Larutkan 20 g diamonium sitrat don 5 g dinatrium EDTA dalam air, encerkan hingga 100 ml. Hilangkan tembaga yang mungkin ada dengan penambahan larutan karbamat 0,1 ml dan saring dengan 10 ml karbon tetraklorida, ulangi penyarian hingga larutan karbon tetraklorida tak berwarna.
c. Larutan tembaga
   1) Larutan persediaan
      Tempatkan 0, 2000 g kawat atau lembaran tembaga dalam Erlenmeyer 125 ml. Tambahkan 15 ml , tarnbahkan asam sitrat (1:5) tutup labu dengan arloji dan biarkan tembaga melarut. Didihkan untuk menghilangkan uap, dinginkan dan encerkan hingga 200 ml. Tiap ml larutan mengandung 1 mg Cu.
   2) Larutan persediaan
      Encerkan 20 ml larutan persediaan hingga 200 ml. Tiap ml larutan mengandung 100 ug/ml.
   3) Larutan baku dibuat setiap hari dengan mengencerkan 5 ml larutan persediaan encer dengan asam sulfat 2,0 N hingga 250,0 ml. Tiap larutan mengandung 2 ug.
d. Amonia 6 N.
e. Indikaitor biru timol 0,1 %
   Larutkan 0,1 g biru timol dalam air dan tambahkan ratrium hidroksida 0, 1 N hingga berwarna biru dan encerkan hingga 100 ml.

5.11.2.3. Penyiapan contoh

1. Timbang 10 g contoh, tambahkan 40 ml air, 20 ml asam nitrat pekat dan 5 ml H_2SO_4 pekat dalam sebuah labu kjeldahl 250 ml.
2. Tempatkan labu di atas kasa asbes yang berlubang dengan diameter 5 cm atau alat pemanas yang lain.
3. Hangatkan secara perlahan-lahan dan hentikan pemanasan apabila timtul buih yang berlebihan. Jika reaksi telah rrereda panaskan hati-hati dan putar labu sekali-sekali dengan hati-hati untuk mencegah melengketnya gumpalan contoh pada dasar labu yang dipanaskan.
   Jika larutan masih berwarna coklat atau gelap, tambahkan lagi hati-hati sedikit asam sitrat agar oksidasi berlangsung dengan sempurna, lanjutkan digesti hingga semua zat organik terdestruksi dan keluar uap belerang trioksida sehingga larutan akhir tidak berwarna atau hampir tidak berwarna .
4. Dinginkan perlahan-lahan kemudian tambahkan 75 ml air dan larutan amonium oksalat

jenuh, untuk mempermudah penguapan oksida nitrogen dan larutan.
Uapkan lagi sehingga uap belerang trioksida keluar sampai leher labu dinginkan clan encerkan dengan air hingga 250 ml (labu ukur).

5.11.2.4. Pemisahan dan penetapan kadar

1. Pipet 25 ml larutan contoh ke dalam labu pemisah bertangkai pendek 100 atau 250 ml dan tambahkan 10 ml larutan sitrat EDTA.
2. Tambahkan 2 tetes indikator biru timol dan amonia 6 N. Tetes demi tetes hingga larutan berwarna hijau atau hijau biru.
3. Dinginkan, tambahkan 1 ml larutan karbamat clan 15 ml karbon tetraklorida. Kocok kuat-kuat selama 2 menit biarkan lapisan memisah dan alirkan karbon tetraklorida melalui kapas ke dalam tabung atau labu bersumbat gelas.
4. Tetapkan harga resapan (A) pada panjang gelombang 400 nm.
5. Untuk memeriksa adanya Bi dan Te, kembalikan larutan karbon tetraklorida ke dalam corong pemisah, tambahkan 10 ml larutan KCN 5 % dan kocok selama 1 menit. Jika lapisan karbon tetraklorida menjadi tidak berwarna berarti Bi dan Te tidak ada.
6. Jika memberikan reaksi positip, ulangi percobaan menggunakan 25 ml larutan contoh seperti di atas (tanpa KCN). Pindahkan lapisan karbon tetraklorida ke dalam corong pemisah kedua tambahkan 10 ml NaOH 1 N, kocok selama 1 menit.
7. Biarkan rremisah dan pindahkan lapisan karbon tetraklorida ke dalam labu corong pemisah ketiga.
8. Ulangi pencucian karbon tetraklorida dengan 10 ml NaOH 1 N.
9. Tetapkan harga A (absorbansi) dari lapisan karbon tetraklorida dan konversikan ke dalam ug Cu .

5.11.2.5. Kurva baku

Masukkan 0,1; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 din 25,0 ml larutan baku Cu (2 ug/ml) ke dalam corong pemisah tanbahkan asam sulfat 2,0 N hingga 25 ml.
Tambahkan 10 ml larutan sitrat - EDTA, 2 tetes indikator biru timol dan amonia 6 N, tetes demi tetes hingga larutan berwarna hijau atau hijau biru.
Dinginkan, tambahkan 1 ml larutan karbonat dan 15 ml karbon tetraklorida.
Kocok kuat-kuat selama 2 menit biarkan lapisan memisah dan alirkan karbon tetraklorida melalui kapas ke dalam tabung atau labu bersumbat gelas.
Tetapkan harga resapan (A) pada panjang gelombang 400 nm.
Buat kurva baku hubungan antara resapan dengan jumlah ug Cu. Jika tidak diperoleh kurva yang linier gunakan perhitungan berdasarkan garis regresi.

5.11.2.6. Pernyataan hasil

1. Hitung bobot tembaga Cu dalam contoh dalam ug menggunakan kurva baku.
2. Hitung kandungan tembaga Cu dalam contoh dengan rumus.

$$\frac{b}{B} \text{ (mg/kg)}$$

b = Bolot tembaga dalam contoh dalam ug

B = Bobot contoh dalam g.

3. Dari hasil penetapan, nyatakan apakah contoh yang diuji merrenuhi persyaratan batas cemaran.

5.11.3. Uji seng (Zn)

5.11.3.1. Peralatan

- Labu digesti Kjeldahl
- Corong dengan kertas saring Whatman No. 42 telah dicuci dengan asam klorida (1 : 7) dan dengan air.
- Gelas piala 250 ml
- Corong pemisah 125 ml
- Kuvet 1 cm
- Spektrofotometer yang cocok untuk pengukuran pada panjang gelombang 540 nm.

5.11.3.2. Pereaksi

Catatan :

Semua pereaksi harus bermutu pereaksi dan bebas seng.

a. Larutan tembaga (II) sulfat.

Larutkan 8 g tembaga (II) sulfat, $CuSO_2$ .5 H_2O dalam air hingga 1000,0 ml.

Tiap ml larutan mengandung 2 mg Cu.

b. Larutan amonium sitrat.

Larutan 225 g diamonium sitrat, $(NH_4)_2HC_6H_5O_7$, dalam air, tambahkan ammonia 30 % hingga bereaksi basa terhadap merah fenol (pH 7,4) mulainya perubahan warna secara nyata dan tambahkan lebih lanjut 75 ml ammonia 30 %, kemudian encerkan dengan air hingga 2000 ml. Segera sebelum penggunaan, tambahkan ditizon sedikit berlebihan dan sari dengan karbon tetraklorida hingga lapisan karbon tetraklorida berwarna hijau terang.

Hilangkan kelebihan ditizon dengan mengulangi penyarian dengan klorofoem, dan sari sekali lagi dengan karbon tetraklorida. (Kelebihan ditizon harus betel-betul dihilangkan, jika tidak, seng akan hilang selama pisahan kobalt dan nikel).

c. Larutan dimetilglioksin .

Larutkan 2 g dimetilglioksin dalam 10 ml amonia 30 % dan 200 ml sampei 300 ml air, saring encerkan dengan air hingga 1000 ml.

d. Larutan α - nitroso β - naftol.

Larutkan 0,25 g α nitroso β naftol dalam kloroform hingga 500 H.

e. Kloroform yang disuling ulang.

f. Larutan ditizon (difeniltiokarbazon)

Larutkan 0,05 g ditizon dalam 2 ml amonia 30 % dan 100 ml air, sari bcrulang-ulang dengan karbon tetraklorida hingga larutan karbon tetraklorida berwara hijau terang.

Pisahkan lapisan karbon tetraklorida dan saring lapisan air melalui kertas saring bebas abu yang telah dicuci. (Sebaiknya Larutan ini dibuat segar). Simpan di tcmpat gelap dan dingin.

g. Karbon tetratilorida yang disuling ulang.
h. Asam klorida 0,04 N.
i. Larutan seng
   1) Larutan persediaan.
      Larutan 0,50 g seng butir murni dalam asam klorida 0,04 N hingga 1000 ml. Tiap ml larutan mengandung 500 ug Zn.
   2) Larutan baku seng.
      Encerkan 10 ml larutan persediaan bake song dengan asam klorida 0,04 N hingga 1000, 0 ml.
j. Larutan brom j enuh .
k. Asam perklorat.

5.11.3.3. Cara penyiapan contoh

- Timbang 10 g contoh di.masukkan ke dalam labu Kjeldahl 250 ml, tambahkan 40 ml air, 20 ml asam nitrat pekat dan 5 ml asam sulfat pekat.
  Tempatkan labu di atas kasa asbes yang berlubang dengan diameter 5 cm atau alat pemanas yang lain. Hangatkan secara perlahan-lahan dan hentikan pemanasan apabila timbul buih yang berlebihan: Jika reaksi telah mereda, panaskan hati-hati dan putar labu sekali-kali dengan hati-hati untuk mencegah melengketnya gumpalan contoh pada dasar labu yang dipanaskan. Jika larutan masih berwarna coklat dan gelap, tambahkan lagi hati-hati sedikit asam sitrat agar oksidasi berlangsung dengan sempurna, lanjutkan digesti hingga semua zat organik terdestruksi dan ke luar uap belerang trioksida sehingga larutan akhir tidak berwarna atau hampir tidak berwarna.
- Tambahkan 0,5 ml asam parklorat, lanjutkan p manasan hingga hampir bereaksi sempurna.
  Dinginkan, encerkan dengan air hingga lebih kurang 40 ml.

5.11.3.4. Penyarian dan penetapan

Pada larutan, tambahkan 2 tetes merah metil dan 1 ml larutan tembaga (II) sulfat, netralkan dengan amonia 30 %. Tambahkan HCI secukupnya hingga normalitas larutan lebih kurang 0,15 N (lebih kurang 0,5 ml dalam 50 ml larutan). pH larutan 1,9 sampai 2,1 apabila diukur dengan pH meter. Alirkan gas hidrogen sulfide ke dalam larutan hingga terjadi endapan sempurna.

Saring melalui kertas saring halus (kertas saring Whatman No. 42 atau yang setara yang sebelumnya dipasang pada corong dan dicuci dengan asam klorida (1 : 7) kemudian dengan air). Tampung filtrat ke dalam gelas piala 250 ml. Bilas abu dan kertas saring tiga atau empat kali dengan sedikit air.

Didihkan hati-hati hingga tidak berbau gas hidrogen sulfida, tambahkan 5 ml larutan brom jenuh, lanjutkan pendidihan hingga bebas brom. Dinginkan, tambahkan amonia hirgga netral

terhadap merah fenol buat sedikit asam dengan 0,2 ml asam klorida (1 : 2).
Diencerkan dengan air hingga volume tertentu. Untuk pengukuran yang optimum larutkan harus mengandung 0,2 ug sampai 1,0 ug tiap ml.
Pipet 20 ml larutan contoh ke dalam corong pemisah 125 ml, tambahkan 5 ml larutan amonium sitrat, 2 ml larutan dimetilglioksin dan 10 ml larutan αnitroso–β-naftol,kocok selama 2 menit. Buang lapisan kloroform sari dengan 10 ml kloroform untuk menghilangkan sisa α nitroso-β-Naftol yang terisa buang lapisan kloroform.
Pada larutan di atas dengan pH 8,0 - 8,2 tambahkan 2,0 ml larutan ditizon dan 10 ml karbon tetraklorida, kocok selama 2 menit. Biarkan memisah, buang lapisan airnya sesempurna mungkin.
Bilas dindirg dalam corong pemisah dengan lebih kurang 25 ml air dan tanpa pengocokan, buang lapisan air.
Tambahkan 25 ml asam klorida 0,04 N, kocok selama 1 menit untuk memisahkan Zn ke dalam lapisan asam. Buang Lapisan karbon tetraklorida hati-hati.
Pada larutan asam tambahkan 5,0 ml larutan amonium sitrat dan 10,0 ml karbon tetraklorida (pH larutan pada saat ini 8,8 sampai 9,0). Tambahkan sejumlah volume larutan ditizon yang ditentukan menurut cara di bawah (2) kocok selama 2 menit.
Pipet 5 ml lapisan karbon tetraklorida ke dalam tabung kering dan bersih, encerrkan dengan 10,0 ml karbon tetraklorida. Campurkan dan ukur resapan larutan dalam kuvet 1 cm pada panjang gelombang 540 nm.
Blangko :
Masukkan 25 ml asam klorida 0,04 N ke dalam corong pomisah, tambahkan 5,0 ml larutan amonium sitrat, 10,0 ml karbon tetraklorida dan sejumlah volume ditizon sama dengan contoh, kocok selama 2 menit. Pipet 5 ml lapisan karbon tetraklorida ke dalam tabung, encerkan dengan 10,0 ml karbon tetraklorida.

5.11.3.5. Jumlah larutan ditizon yang ditambahkan ditetapkan sekagai berikut.
Ke dalam corong pemisah, masukkan 4,0 ml larutan baku seng, encerkan dengan asam klorida 0,04 N hingga 25 ml (20 ug). Tambahkan 5,0 ml larutan amonium sitrat dan 10,0 ml karbon tetra-klorida. Tamhahkan secara bertahap setiap kali dengan 0,1 ml larutan ditizon dan kocok sebentar setelah tiap kali penambahan hingga lapisan air berwarna agak kuning berarti reaksi dalam keadaan serdikit berlebih. Kalikan volume ditizon yang diperlukan dengan satu setengah dan tambahkan volume ini (dengan ketelitian 0,05 ml) kepada semua contoh.

5.11.3.6. Pembuatan kurva baku
Pada satu seri yang terdiri dari 5 corong pemisah, masukkan secara beruntun 0,0; 1,0; 2,0; 3,0 dan 4,0 ml larutan baku seng, masing-masirg encerkan dengan asam klorida 0,04 N hingga 25 ml. Pada masing-masing corong pemisah tambahkan 5,0 ml larutan amonium sitrat dan lanjutkan penetapan seperti 4.6.4. (1) mulai dengan tambahan sejumlah volume larutan ditizon. Buat kurva kalibrasi antara resapan terhadap ug Zn. Jika tidak: diperoleh kurva yang linier gunakan perhitungan berdasarkan garis regresi.

5.11.3.7. Pernyataan hasil

a. Hitung bobot seng, Zn, dalam contoh dalam ug dengan menggunakan kurva baku.

b. Hitung kandungan seng dalam contoh dengan rumus :

$$\frac{b}{B} \quad \text{(mrg/kg)}$$

b = Bobot sang dalam contoh dalam ug

B = Botot contoh dalam g

c. Dari hasil penetapan, nyatakan apakah contoh yang diuji memenuhi persyaratan batas cemaran .

5.11.4. Uji timah (Sn)

5.11.4.1. Peralatan

– Labu Kjeldahl 250 ml
– Labu Erlenmeyer 300 ml diperlengkapi penyumbat dengan katup "Contact-Gonckel" atau sejenis
– Buret mikro

5.11.4.2. Pereaksi

– Asam nitrat pekat
– Asam sulfat pekat
– Asam klorida pekat
– Kalium klorat
– Kalium bikarbonat 10 %
– Aluminium; potong-potong lembaran aluminium menjadi kecil-kecil
– Kanji 1 %
– Yodium 0,01 N

5.11.4.3. Prosedur

Tirnbang dengan seksama 25 g contoh, masukkan ke dalam labu Kjeldahl 250 ml, tambahkan 35 ml asam sitrat pekat, campur dan tambahkan 15 ml asam sulfat pekat, jika perlu dinginkan untuk mencegah gejolak. Panaskan hati-hati, hingga uap coklat habis dan larutan mulai berwarna hitam, kemudian segera ditambahkan sedikit nitrat pekat dan lanjutkan pemanasan. Ulangi penambahan asam nitrat dan pemanasan hingga larutan tidak berwarna. Setelah didinginkan tambahkan dengan hati-hati 1 g kalium klorat dan 15 ml asam klorida pekat; panaskan hingga uap putih habis. Pindahkan larutan secara kuantitatip ke dalam labu erlenmmeyer 300 ml; bilas labu Kjeldahl beberapa kali dengan air, air pembilasnya dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer, kemudian segera ditutup dengan penyumbat "Contact Gockel" yang telah diisi dengan larutan kalium bikarbonat 10 %, panas-kan hingga mendidih, kemudian dinginkan. Setelah dingin, larutan harus jernih dan semua aluminium habis bereaksi. Buka penyumbat, tambahkan 1 ml kanji 1 % dan titrasi dengan larutan yodium 0.01 N, hingga larutan berwarna biru. Lakukan penetapan blangko.

Tiap ml yodium 0,01 N setara dengan 5 g mog Sn.

$$\text{ppm Sn} = \frac{(V_1 - V) \times N \times 5\text{ g}}{B}$$

V = Volume yodium 0,01 N yang diperlukan untuk titrasi blangko, dalam ml

V_1 = Volume yodiun 0,01 N yang dtperlukan untuk titrasi contoh, dalam ml

N = Normalitas larutan yodium yang digunakan untuk titrasi

B = Bobot contoh dalam gram.

5.12. Arsen

5.12.1. Peralatan

- Kaki tiga
- Segitiga Forselen
- Pembakar bunsen
- Labu Kjeldahl 250 ml
- Gelas ukur, 5 ml, 25 ml dan 50 ml
- Labu ukur 100 ml, 250 ml
- Labu sem[rot
- Pipet, 25 ml
- Buret 50 ml
- Alat penetapan arsen
- Spektrofotometer yang cocok untuk penetapan pada panjang gelombang 522 nm.

5.12.2. Pereaksi

- Kapas
- Asam nitrat
- Asam sulfat
- Asarrn klorida
- Larutan amonium oksalat jenuh
- Larutan kalium iodida 15 %
- Larutan timbal asetat 10 %
- Larutan timah (II) klorida 40 % : 40 g $SnCl_2,2H_2O$ bebas arsen dilarutkan dalam asam klorida
- Larutan pengernbangan warna SDDC : 1 g SDDC dilarutkan dalam 200 ml piridin. Disimpan dalam botol coklat
- Larutan standar arsen : 1,320 g As_2O_3 dilarutkan dalam 10 ml air suling yang mengandung 4 g NaOH, diencerkan dengan air suling hingga 1 liter (1 ml larutan mengandung 1 mg As).,

5.12.3. Prosedur

Pipet 25,0 ml larutan contoh, masukan ke dalam generator-Gutzeit. Tambah berturut-turut 5 ml HC1 pekat + 2 ml larutan KI 15 % + 8 tetes (+ 0,4 ml) pereaksi $SnC1_2$ diaduk baik-baik setiap kali penambahan bahan reaksi. Dibiarkan selama 15 menit untuk menyempurnakan reduksi arsenito ke bentuk valensi 3.

Gulungan kapas/glass wool dibasahi dengan larutan Pb asetat 10 %. Dikeringkan di udara terbuka, kemudian dimasukkan ke dalam serubber. Pipet 4 ml larutan pengembang warna SDDC ke dalam tabung absorber. Tambah 3 g logam Zn ke dalam generator Gutzeit dan dipasang dengan cepat peralatan scrubber clan absorber ke botol generator Gutzeit.

Biarkan 30 menit untuk membebaskan seluruh arsenic menjadi gas arsenic dan bereaksi dengan larutan SDDC. Untuk meyakinkan bahwa arsenic sudah betul-betul habis, peralatan direndam dalam air panas.

Larutan dalam absorber dihitung langsung ke dalam kuvet dan dibaca % T nya pada panjang gelombang 522 nm menggunakan spektrofotometer dibandingkan dengan larutan standar.

5.12.4. Pembuatan kurva baku

Pada satu seri yang terdiri dari 6 generator, masukkan secara berurutan 0,0 ml, 1,0 ml, 3,0 ml, 6,0 ml, 10,0 ml dan 15,0 ml larutan baku arsen pada masing-masing labu tambahkan air hingga 35 ml kemudian kerjakan seperti penetapan arsen. Buat kurva baku antara resapan terhadap ug As. Jika tidak diperoleh kurva yarg linier gunakan perhitungan berdasarkan garis regresi.

5.12.5. Pernyataan hasil

a. Hitung bobat arson. As dalam contoh dalam ug merggurekan kurva baku.
b. Hiturg kandungan arsen dalam contoh As, dengan rumus.

$$\frac{b}{B} \text{ (mg/kg)}$$

b = bobot As dalam contoh dalam ug.

B = bobot contoh dalam gram.

c. Dari hasil penetapan, nyatakan apakah contoh yang diuji memenuhi persyaratan batas cemaran.

5.13. Cemaran Mikroba

5 13.1. Uji kapang dan khamir (mould & yeast)

5.13.1.1. Peralatan

- Pinggan petri steril
- Pipet
- Neraca
- Botol
- Spatel

- Pembakar Bunsen
- Incubator 20 - 24 °C

5.13.1.2. Pereaksi

- Alkohol
- Patato dextrose a^{g}ar (Bacto PDA)
- Buffered peptone water (larutan pengencer)

5.13.1.3. Prosedur

Timbang 25 g contoh masukkan ke dalam labu/ botol yang berisi 225 ml larutan pengencer. (Buffered peptone water) Goyangkan botol supaya isinya homogen.
Pipet 1 ml larutan contoh ke dalam pinggan petri lalu tambahkan PDA 10 - 15 ml yang disteril dan dipanaskan, suhu media + 45 °C. Goyangkan pinggan petri supaya isinya homogen dan biarkan membeku, setelah membeku inkubasikan pada suhu 20 - 24 °C selama 5 hari dan diamati setiap hari.

5.13.2. Uji total aerobic plate count

5.13.2.1. Peralatan

- Cawan petri, 100 x 15 mm
- Pipet ukur 1 ml, 5 ml, 10 ml (dengan mulut lebar), 25 ml
- Penangas air 44 – 46° C
- Inkubator 25°C
- Alat penghitung koloni
- Labu erlenmeyer 250 ml
- Tabung reaksi

5.13.2. 2. Pereaksi

- Agar angka lempeng
- Larutan buffered peptone water (larutanpengencer)

5.13.2.3. Prosedur

Timbang 25 g contoh dirnasukan ke dalam botol/ labu yang berisi 225 ml larutan pengencer (larutan buffered peptone water) . Goyangkan botol supaya isinya homogen.
Pipet 1 ml contoh, ke dalam cawan petri tuangkan agar cair steril yang sudah didinginkan hingga 44 - 45 °C sejumlah 10 - 15 ml ke dalam cawan petri .
Segera suspensi dicampur dengan agar dengan cara menggoyangkan cawan Petri sedemikian rupa sehingga suspensi tersebar merata. Cara pencampuran dilakuakan sebagai berikut :

a. Goyangkan ke depan dan ke belakang sebanyak lima kali.
b. Putarkan searah jarum jam sebanyak lima kali.
c. Goyangkan ke kanan dan ke kiri sebanyak lima kali

d. Putarkan berlawanan arah dengan jarum jam sebanyak lima kali.
e. Putarkan berlawanan arah dengan jarum jam sebanyak lima kali.

Inkubasikan pada suhu 35^{O} C selama 24 - 43 jam untuk mengetahui sterilitas agar, buat blanko yang terdiri dari campuran larutan pengencer dan agar angka lempeng ke dalam cawan Petri masing-masing masukkan 1 ml larutan pengencer, tuangkan agar angka lempeng. Setelah agar memadat, balikkan cawan Petri dan inkubasikan pada suhu 35° C selama 24 – 48 jam.

5.13.3. Uji bakteri coliform

5.13.3.1. Peralatan
– Inkubator 35° C
– Pipet ukur 1 ml dan 10 ml
– Sengkelit (jarum ose)
– Labu Erlenmeyer
– Tabung reaksi
– Tabung Durham

5.13.3.2. Pereaksi
– Brilliant Green Lactose Bile Broth 2 %
– Mac Conkey Broth
– Larutan Buffer Peptone Water (larutan pengencer)
– Lauryl Sulfate Tryptose Broth

5.13.3.3. Prosedur
Timbang 25 g contoh masukkan ke dalam labu/ botol yang berisi 225 ml larutan pengencer (larutan buffer peptone water). Goyangkan botol supaya isinya homogen. Pipet masing-masing 1 ml larutan contoh ke dalam 2 seri tabung berisi mac conkey broth atau lauryl sulfate tryptone broth. Yang didalamnya terdapat tabung durham. Inkubasikan pada suhu 35° C selama 24 - 48 jam. Pindahkan 1 sengkelit kultur Mac Conkey Broth yang embentuk gas ke dalam tabung yang berisi Brilliant Green Lactose Bile Broth 2 %. Inkubasikan tabung Brilliant Green Lactose Bile Broth 2 % pada suhu 35 ^{0}C selama 24 - 48 jam. Pembentukan gas setelah inkubasi dalam waktu 24 - 48 jam menunjukkan pertumbuhan bakteri bentuk coli.

5.13.4 Uji salmonella

5.13.4.1 Peralatan
– Inkutor 35 - 37 ° C dan 43° C
– Penangas air
– Pipet ukur 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml

- Cawan petri
- Tabung reaksi
- Gelas sediaan
- Tabung uji serologi, 75 x 10 mm atau 100 x 15 mm

5.13.4.2 Pereaksi

- Buffer Pepton Buffere
- Selenite Cystml Broth
- Tetra thionate Brilliant Green Broth
- Brilliant Sulfide agar
- Brilliant green agar (BGA)
- Salmonella shigella agar (SSA)

5.13.4.3 Prosedur

1. Pra semai ("pre-enrichment ").
   Timbang 25 g contoh, masukkan ke dalam 2,3 ml larutan pengemcer buffer peptone water inkubasikan pada suhu 35 ^{o} C selama 18 - 24 jam.
2. Semai ("enrichment")
   Pipet 1 ml suspensi biakan (1) ke dalam 10 selenite cystine broth. Inkubasikan pada suhu 35° C selama 24 jam. Pipet 1 ml suspensi ke dalam 10 ml brilliant green broth. Inkubasikan pada suhu 43° C selama 24 jam.
3. Isolasi
   Pindahhkan 1 sengkelit dari masing-masing biakan seleniite cystine broth dan tetrathionate brilliant green broth ke dalam perbennihan selektif BGA, SSA, BSA dan Mac Conkey. Inkubasikan pada suhu 35° C selama 24 jam. Amati koloni salmonella pada berbenihan.

BGA : Koloni tidak berwarna, sampai merah muda hingga merah atau transluen hingga opak dengan lingkaran merah muda sampai merah.

SSA : Koloni tidak berwarna sampai merah muda pucat opak, atau transluen. Beberapa "strain" (galur) memperlihatkan bintik hittam di tengah koloni.

BSA : Koloni berwarna coklat abu-abu sampai hitam dan kadang-kadang kilat logam. Warna perbenihan di sekitar koloni mula-mula berwarna cokklat dan kemudian menjadi hitam jika masa inkubasi bertambah. Pada beberapa strain (galur) koloni berwarna hijau dengan daerah sekeilingnya berwarna lebih gelap.